

# ICP-AES 测定复合氧化锆中的杂质金属元素

ICP-038

**摘要:** 本文利用 ICP-AES 测定复合氧化锆中的杂质金属元素, 包括 Fe、Al、Y、Na、Ti 五种元素, 样品以浓硫酸和硫酸铵溶解, 并采用基体匹配法补偿基体效应。各个元素平均回收率为 91% ~ 107%, 相对标准偏差为 0.53%~1.8%。

**关键词:** 复合氧化锆 ICP-AES 基体匹配 杂质元素

氧化锆作为一种性能优良的功能和结构材料, 具有熔点高、耐磨损、耐腐蚀等特点, 广泛应用于航空航天、原子能和光纤通讯等技术领域。氧化锆中的杂质元素会因为锆的高基体效应而受到干扰, 且二氧化锆的熔点在 2700℃ 以上, 所以如何进行前处理是分析氧化锆中金属元素的关键。杂质元素的含量一般在 ppm(mg/kg) 级别,

在电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 的能力范围, 另外, 由于其低检测限、高灵敏度、高精度以及线性范围宽且多元素同时测定等良好的分析性能而得到了迅速的发展和广泛的应用。利用 ICP-AES 测定氧化锆中的杂质元素, 可以有效选择理想的特征谱线, 得到满意的结果。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPS7510 电感耦合等离子体发射光谱, 测定条件依据表 1。

表 1 仪器测定条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向	同心	标准	旋流	1.2	14	0.7	27.12	1.2

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO<sub>3</sub> 试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

称取 0.1 g 高性能复合氧化锆粉体 (未知样) 于 100 mL 的烧杯中, 加入 5.00 g 硫酸铵 (分析纯) 和 5.00 mL 硫酸 (优级纯), 盖上表面皿, 在电炉上加热至试样完全溶解, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀; 同法制备空白。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器参数和分析线的选择

按照 1.4 样品制备中的操作顺序, 配制 Zr 的基体溶液, 基体使用高纯锆粉 (99.999%)。同时根据样品中杂质元素的含量制备 Fe、Al、Y、Na 和 Ti 的混合标准溶液。

表 2 不同元素标准曲线浓度

元素	浓度 (mg/L)			
Fe	0.00	0.10	0.50	1.00
Al	0.00	5.00	10.00	20.00
Y	0.00	5.00	10.00	20.00
Na	0.00	0.10	0.50	1.00
Ti	0.00	0.10	0.50	1.00

ICPS-7510 为单道式扫描光谱仪，其光谱干扰比全谱直读光谱仪少，利用软件的背景校正功能和谱线干扰搜索功能，从光谱干扰和背景校正两方面考虑选出各元素的最佳测定谱线（见表 3）。

表 3 各元素分析线

元素	Fe	Al	Y	Na	Ti
波长 (nm)	259.940	396.153	371.029	589.592	334.941

## 2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下

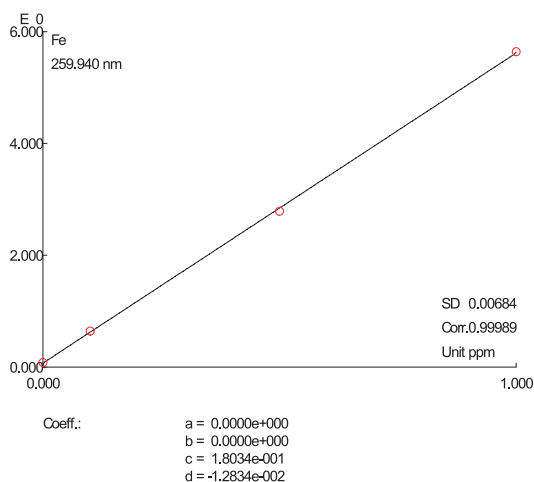


图 1 铁标准曲线图

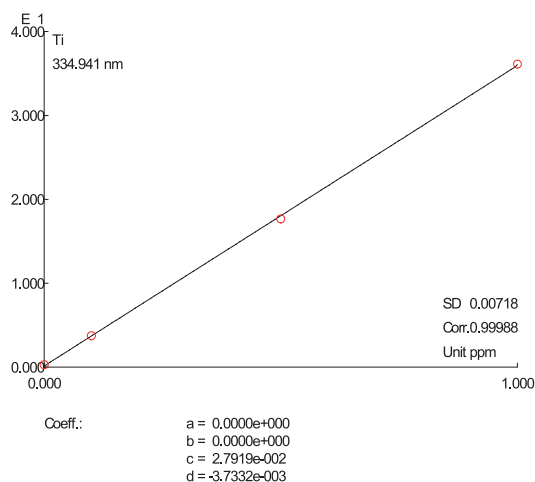


图 2 钛标准曲线图

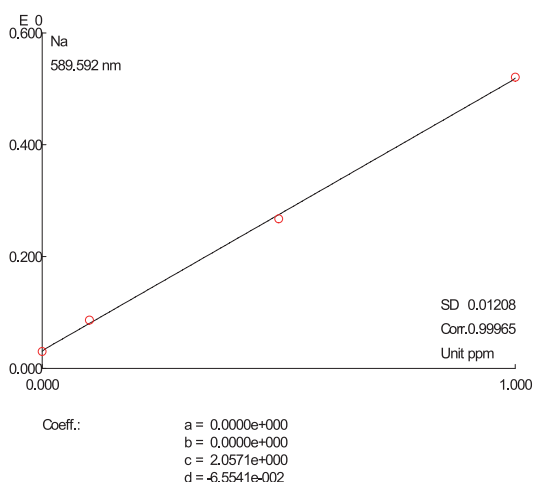


图 3 钠标准曲线图

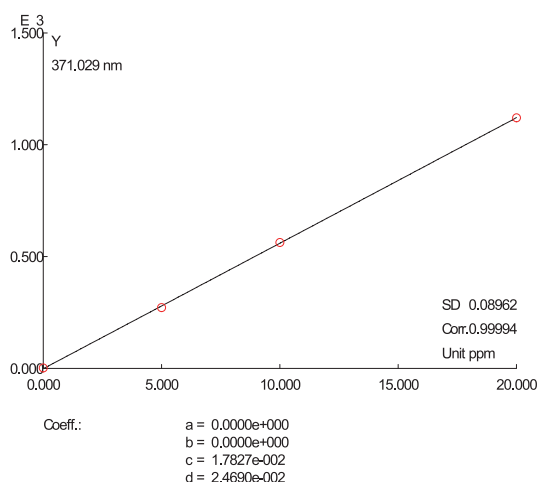


图 4 钇标准曲线图

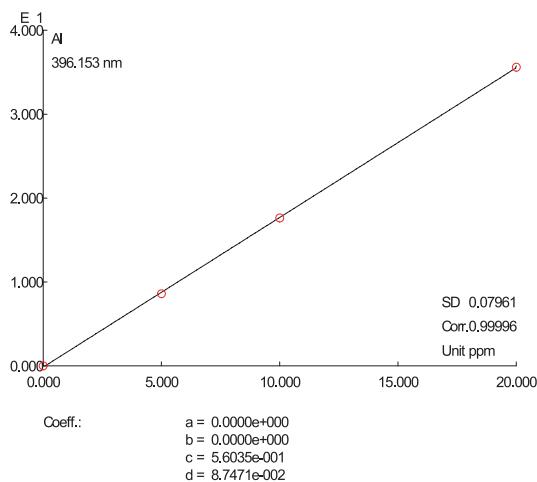


图 5 铝标准曲线图

### 2.3 方法的检出限

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 4。

表 4 检出限 (mg/L)

元素名称	Fe	Al	Y	Na	Ti
检出限 (mg/L)	0.01	0.09	0.02	0.08	0.06

### 2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，分析结果见表 5，并进行了加标回收率实验，其结果见表 6。

表 5 氧化锆样品分析结果

元素	测定值 (%)	RSD (%)
Fe	0.013	1.20
Al	0.515	0.62
Y	4.370	0.53
Na	0.089	1.80
Ti	0.002	0.85

表 6 氧化锆样品回收试验结果

元素名称	Fe	Al	Y	Na	Ti
添加前 (mg/L)	0.134	5.461	4.37	0.94	0.018
添加量 (mg/L)	0.10	5.0	5.0	1.0	0.10
添加后 (mg/L)	0.226	10.663	9.28	2.01	0.109
回收率 (%)	92	104.04	98.2	107	91

### 结论

采用单道扫描型电感耦合等离子体发射光谱 ICPS-7510 测定复合氧化锆中的杂质元素，用基体匹配的方法消除了 Zr 对其它元素的干扰，所测元素的线性相关系数良好，加标回收率在 91% 以上，样品分析结果的精密度良好，RSD<1.80%，光谱干扰少，测试速度快，满足测试要求。